

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **10011799 A**

(43) Date of publication of application: **16 . 01 . 98**

(51) Int. Cl

**G11B 7/24**

**B41M 5/26**

**C09B 47/04**

**C23C 14/06**

(21) Application number: **08158147**

(22) Date of filing: **19 . 06 . 96**

(71) Applicant:

**MITSUI PETROCHEM IND LTD**

(72) Inventor:

**YANAGIMACHI MASATOSHI  
SASAGAWA TOMOYOSHI  
HIROSE SUMIO**

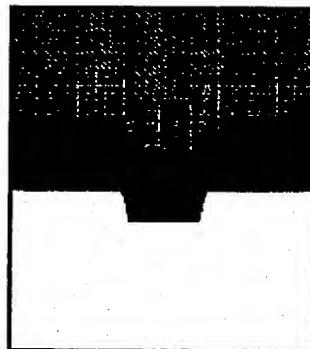
**(54) OPTICAL RECORDING MEDIUM**

**(57) Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain an optical recording medium having excellent durability and good recording and reproducing characteristics by specifying the average grain size in a silver reflection layer.

**SOLUTION:** The optical recording medium has a four-layer structure which consists of a substrate 1, a recording layer 2 on the substrate, a light-reflecting layer 3 adhered to the recording layer, and further a protective layer 4 covering the lightreflecting layer 3. The light-reflecting layer 3 essentially consists of silver and has 200 to 600&angst; average grain size. This optical recording medium represents both of an optical reproducingonly medium for reproducing-only use in which information is preliminarily recorded, and an optical recording medium in which information can be recorded and reproduced.

**COPYRIGHT: (C)1998,JPO**



(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-11799

(43)公開日 平成10年(1998)1月16日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
G 11 B 7/24	5 3 8	8721-5D	G 11 B 7/24	5 3 8 E
B 41 M 5/26			C 09 B 47/04	
C 09 B 47/04			C 23 C 14/06	N
C 23 C 14/06			B 41 M 5/26	Y

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 6 頁)

(21)出願番号 特願平8-158147

(22)出願日 平成8年(1996)6月19日

(71)出願人 000003126

三井東圧化学株式会社

東京都千代田区霞が関三丁目2番5号

(72)発明者 柳町 昌俊

神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地 三井  
東圧化学株式会社内

(72)発明者 笹川 知由

神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地 三井  
東圧化学株式会社内

(72)発明者 広瀬 錠夫

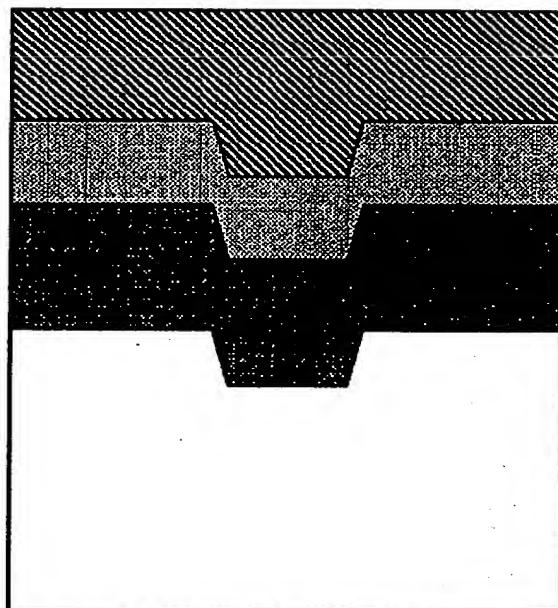
神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地 三井  
東圧化学株式会社内

(54)【発明の名称】 光記録媒体

(57)【要約】

【解決手段】 基板1上に少なくとも記録層2及び光反射層3が形成されている光記録媒体において、該光反射層が銀を主成分とし、かつその平均結晶粒径が200～600Åであることを特徴とする光記録媒体。

【効果】 本発明によれば、耐久性の優れた良好な記録再生特性を有する光記録媒体を提供することが可能となる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 基板上に少なくとも記録層及び光反射層が形成されている光記録媒体において、該光反射層が銀を主成分とし、かつその平均結晶粒径が200~600Åであることを特徴とする光記録媒体。

【請求項2】 記録層がフタロシアニン色素よりなる請求項1記載の光記録媒体。

【請求項3】 基板上に記録層、光反射層及び保護層の順に設けられた請求項1または2記載の光記録媒体。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、光記録媒体、特に光反射層を有する光記録媒体に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 近年、基板上に光反射層を有する光記録媒体としてコンパクトディスク（以下、CDと略す）規格に対応した追配または記録可能なCD（CD-R）が提案されている〔例えば、日経エレクトロニクスNo.465、P.107、1989年1月23日号〕。この光記録媒体は図1に示すように、基板1上に記録層2、光反射層3、保護層4をこの順に形成されるものである。この光記録媒体の記録層に半導体レーザー等のレーザー光を高パワーで照射する。そこで記録層が物理的あるいは化学的変化を起こし、ピットの形で情報を記録する。形成されたピットに低パワーのレーザー光を照射し、反射光を検出することによりピットの情報を再生することができる。

【0003】 一方、現在、音楽レコードに代わって利用されてきているコンパクトディスクやレーザーディスク等の再生専用光記録媒体は基板表面上に予め音楽情報がピットの形で記録されており、その基板上にA1やA2等の光反射層とそれを保護する保護層を形成した構造になっている。これは、基板表面のピット部分の代わりに記録層を設けている以外は追配または記録可能なCDと基本的に構造は同じである。記録された後のCD-Rは、再生専用のCDと同様に通常のCDプレーヤーで再生可能である。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 現在、市販されているCD-Rは、通常、透明な基板上に有機色素からなる記録層、金属からなる光反射層、紫外線硬化樹脂からなる保護層をこの順に積層することにより作製される。光反射層としては、レーザー光の波長で吸収のある記録層が存在するために、通常、光反射層として高反射率のAuが用いられている。しかしながら、金は高価であるためコスト面で問題がある。一方、金に比べて安価で、且つ、金並の高反射率を有する銀や銅などの金属及びそれを主成分とする合金を光反射層に用いた場合、光反射層の腐食による反射率低下やエラーの発生などによる特性の劣化が起こるために耐久性の優れたCD-Rの作製が困難であった。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明は、上記問題点を解決し、高耐久性を有する金を光反射層として使用したCD-Rと同等の耐久性を保持し、より安価な金属、特に銀を主成分とした光反射層を使用することにより、安価なCD-Rを提供することを目的とする。

【0006】 本発明者らは、上記課題を解決すべく鋭意検討を重ねた結果、本発明を提案するに至ったのである。即ち、この問題は以下の発明によって解決される。

10 (1) 基板上に少なくとも記録層及び光反射層が形成されている光記録媒体において、金属反射層が銀を主成分とし、平均結晶粒径が200~600Åであることを特徴とする光記録媒体、(2) 記録層がフタロシアニン色素よりなる(1)記載の光記録媒体、(3) 基板上に記録層、光反射層及び保護層の順に設けられた(1)または(2)記載の光記録媒体である。

## 【0007】

【発明の実施の形態】 本発明の具体的構成について以下に説明する。本発明の光記録媒体は基板上に光反射層を

20 有する。光記録媒体とは予め情報を記録されている再生専用の光再生専用媒体及び情報を記録して再生することのできる光記録媒体の両方を示すものである。但し、ここでは適例として後者の情報を記録して再生のできる光記録媒体、特に基板上に記録層、光反射層及び保護層をこの順で形成した光記録媒体について説明する。この光記録媒体は図1に示すような4層構造を有している。即ち、基板1上に記録層2が形成されており、その上に密着して光反射層3が設けられており、さらにその上に保護層4が光反射層3を覆っている。

30 30 (4) 【0008】 本発明の基板の材質としては、基本的には記録光及び再生光の波長で透明であればよい。例えば、ポリカーボネート樹脂、塩化ビニル樹脂、ポリメタクリル酸メチル等のアクリル樹脂、ポリスチレン樹脂、エボキシ樹脂等の高分子材料やガラス等の無機材料が利用される。これらの基板材料は射出成形法等により円盤状に基板に成形される。必要に応じて、基板表面に溝を形成することもある。

【0009】 本発明における記録層としては、色素を含有することが好ましく、より好ましくは色素がフタロシ

40 アニン色素であり、特に置換基を有し、中心に金属原子をもつ有機溶媒に可溶なフタロシアニン色素を用いるものである。この置換基としては、水素や塩素、臭素、ヨウ素等のハロゲン、置換または無置換のアルキル基、アリール基、不飽和アルキル基、アルコキシル基、アリールオキシ基、不飽和アルコキシル基、アルキルチオ基、アリールチオ基、不飽和アルキルチオ基、カルボン酸エステル基、カルボン酸アミド基、シリル基、アミノ基等が挙げられる。

【0010】 前記置換基のより具体的な例としては、アルキル基としては、メチル基、エチル基、n-ブロピル

基、n-ブチル基、イソブチル基、n-ペンチル基、ネオペンチル基、イソアミル基、2-メチルブチル基、n-ヘキシル基、2-メチルペンチル基、3-メチルペンチル基、4-メチルペンチル基、2-エチルブチル基、n-ヘプチル基、2-メチルヘキシル基、3-メチルヘキシル基、4-メチルヘキシル基、5-メチルヘキシル基、2-エチルヘキシル基、3-エチルペンチル基、n-オクチル基、2-メチルヘプチル基、3-メチルヘプチル基、4-メチルヘプチル基、5-メチルヘプチル基、2-エチルヘキシル基、3-エチルヘキシル基、n-ノニル基、n-デシル基、n-ドデシル基等の一級アルキル基、イソプロピル基、sec-ブチル基、1-エチルプロピル基、1-メチルブチル基、1-エチルブチル基、1, 3-ジメチルブチル基、1, 2-ジメチルブチル基、1-エチル-2-メチルプロピル基、1-メチルヘキシル基、1-エチルヘプチル基、1-プロピルブチル基、1-イソプロピル-2-メチルプロピル基、1-エチル-2-メチルブチル基、1-プロピル-2-メチルプロピル基、1-メチルヘプチル基、1-エチルヘキシル基、1-プロピルペンチル基、1-イソプロピルヘキシル基、1-イソブチル-3-メチルブチル基等の二級アルキル基、tert-ブチル基、tert-ヘキシル基、tert-アミノ基、tert-オクチル基等の三級アルキル基、シクロヘキシル基、4-メチルシクロヘキシル基、4-エチルシクロヘキシル基、4-tert-ブチルシクロヘキシル基、4-(2-エチルヘキシル)シクロヘキシル基、ボルニル基、イソブルニル基、アダマンタン基等のシクロアルキル基等が、アリール基としては、フェニル基、エチルフェニル基、ブチルフェニル基、ノニルフェニル基、ナフチル基、ブチルナフチル基、ノニルナフチル基等が、また、不飽和アルキル基としては、エチレン基、プロピレン基、ブチレン基、ヘキセン基、オクテン基、ドデセン基、シクロヘキセン基、ブチルヘキセン基等が挙げられる。

【0011】また、これらのアルキル基、アリール基、不飽和アルキル基はヒドロキシル基やハロゲン基等で置換されてもよく、また、酸素、硫黄、窒素等の原子を介して前記アルキル基、アリール基で置換されても良い。酸素を介して置換されているアルキル基やアリール基としては、メトキシメチル基、メトキシエチル基、エトキシメチル基、エトキシエチル基、ブトキシエチル基、エトキシエトキシエチル基、フェノキシエチル基、メトキシプロピル基、エトキシプロピル基、メトキシフェニル基、ブトキシフェニル基、ポリオキシエチレン基、ポリオキシエチレン基、ポリオキシプロピレン基等が、硫黄を介して置換されているアルキル基やアリール基として

はメチルチオエチル基、エチルチオエチル基、エチルチオプロピル基、フェニルチオエチル基、メチルチオフェニル基、ブチルチオフェニル基等が、窒素を介して置換されているアルキル基やアリール基としてはジメチルアミノエチル基、ジエチルアミノエチル基、ジエチルアミノプロピル基、ジメチルアミノフェニル基、ジブチルアミノフェニル基等が挙げられる。一方、フタロシアニン色素の中心金属としては、2価の金属が好ましく、具体的には、Ca、Mg、Zn、Cu、Ni、Pd、Fe、10 Pb、Co、Pt、Cd、Ru等が挙げられる。また、バナジル基(VO)等の金属酸化物であってもよい。

【0012】また、上記フタロシアニン色素は必要に応じて、2種類以上のフタロシアニン色素を混合して用いてよく、光吸収剤や燃焼促進剤、消光剤、紫外線吸収剤、接着剤、樹脂バインダー等の添加剤を混合あるいは置換基として導入してもよい。

【0013】ここにいう光吸収剤は、記録光の波長に吸収があり、フタロシアニン色素膜の感度を高めるためのものであり、有機色素が望ましい。例えば、ナフタロシアニン系色素、ポルフィリン系色素、アゾ系色素、ベンタメチニシアニン系色素、スクアリリウム系色素、ビリリウム系色素、チオピリリウム系色素、アズレニウム系色素、ナフトキノン系色素、アントラキノン系色素、イソドフェノール系色素、トリフェニルメタン系色素、キサンテン系色素、インダンスレン系色素、インジゴ系色素、チオインジゴ系色素、メロシアニン系色素、チアジン系色素、アクリジン系色素、オキサジン系色素などがよく用いられているが、中でもナフタロシアニン系色素は吸収波長領域の面から特に望ましい。これらの色素は、さらに複数混合して用いることも可能である。

【0014】燃焼促進剤の例としては、金属系アンチノックング剤である四エチル鉛、四メチル鉛などの鉛系化合物やシメントレン( $Mn(C_6H_5)(CO)_3$ )などのMn系化合物、また、メタロセン化合物である鉄ビスシクロペンタジエニル錯体(フェロセン)をはじめ、Ti、V、Mn、Cr、Co、Ni、Mo、Ru、Rh、Zr、Lu、Ta、W、Os、Ir、Sc、Yなどのビスシクロペンタジエニル金属錯体を挙げられる。中でもフェロセン、ルテノセン、オスモセン、ニッケロセン、チタノセン及びそれらの誘導体は良好な燃焼促進効果がある。鉄系金属化合物としては、メタロセンの他にギ酸鉄、シュウ酸鉄、ラウリル酸鉄、ナフテン酸鉄、ステアリン酸鉄、酪酸鉄などの有機酸鉄化合物、アセチルアセトナート鉄錯体、フェナントロリン鉄錯体、ビスピリジン鉄錯体、エチレンジアミン鉄錯体、エチレンジアミン四酢酸鉄錯体、ジエチレントリアミン鉄錯体、ジエチレングリコールジメチルエーテル鉄錯体、ジホスフィノ鉄錯体、ジメチルグリオキシマート鉄錯体などのキレート鉄錯体、カルボニル鉄錯体、シアノ鉄錯体、アンミン鉄錯体などの鉄錯体、塩化第一、第二鉄、臭化第一、

30

【0014】燃焼促進剤の例としては、金属系アンチノックング剤である四エチル鉛、四メチル鉛などの鉛系化合物やシメントレン( $Mn(C_6H_5)(CO)_3$ )などのMn系化合物、また、メタロセン化合物である鉄ビスシクロペンタジエニル錯体(フェロセン)をはじめ、Ti、V、Mn、Cr、Co、Ni、Mo、Ru、Rh、Zr、Lu、Ta、W、Os、Ir、Sc、Yなどのビスシクロペンタジエニル金属錯体を挙げられる。中でもフェロセン、ルテノセン、オスモセン、ニッケロセン、チタノセン及びそれらの誘導体は良好な燃焼促進効果がある。鉄系金属化合物としては、メタロセンの他にギ酸鉄、シュウ酸鉄、ラウリル酸鉄、ナフテン酸鉄、ステアリン酸鉄、酪酸鉄などの有機酸鉄化合物、アセチルアセトナート鉄錯体、フェナントロリン鉄錯体、ビスピリジン鉄錯体、エチレンジアミン鉄錯体、エチレンジアミン四酢酸鉄錯体、ジエチレントリアミン鉄錯体、ジエチレングリコールジメチルエーテル鉄錯体、ジホスフィノ鉄錯体、ジメチルグリオキシマート鉄錯体などのキレート鉄錯体、カルボニル鉄錯体、シアノ鉄錯体、アンミン鉄錯体などの鉄錯体、塩化第一、第二鉄、臭化第一、

40

【0014】燃焼促進剤の例としては、金属系アンチノックング剤である四エチル鉛、四メチル鉛などの鉛系化合物やシメントレン( $Mn(C_6H_5)(CO)_3$ )などのMn系化合物、また、メタロセン化合物である鉄ビスシクロペンタジエニル錯体(フェロセン)をはじめ、Ti、V、Mn、Cr、Co、Ni、Mo、Ru、Rh、Zr、Lu、Ta、W、Os、Ir、Sc、Yなどのビスシクロペンタジエニル金属錯体を挙げられる。中でもフェロセン、ルテノセン、オスモセン、ニッケロセン、チタノセン及びそれらの誘導体は良好な燃焼促進効果がある。鉄系金属化合物としては、メタロセンの他にギ酸鉄、シュウ酸鉄、ラウリル酸鉄、ナフテン酸鉄、ステアリン酸鉄、酪酸鉄などの有機酸鉄化合物、アセチルアセトナート鉄錯体、フェナントロリン鉄錯体、ビスピリジン鉄錯体、エチレンジアミン鉄錯体、エチレンジアミン四酢酸鉄錯体、ジエチレントリアミン鉄錯体、ジエチレングリコールジメチルエーテル鉄錯体、ジホスフィノ鉄錯体、ジメチルグリオキシマート鉄錯体などのキレート鉄錯体、カルボニル鉄錯体、シアノ鉄錯体、アンミン鉄錯体などの鉄錯体、塩化第一、第二鉄、臭化第一、

50

第二鉄などのハロゲン化鉄、あるいは、硝酸鉄、硫酸鉄などの無機鉄塩類、さらには、酸化鉄などが挙げられる。ここで用いる鉄系金属化合物は有機溶剤に可溶で、且つ、耐湿熱性及び耐光性の良好なものが望ましい。特にアセチルアセトナート鉄錯体や鉄カルボニル錯体などは良好な溶解性が得られるという点で非常に好ましい。上記燃焼促進剤は、必要に応じて置換基を導入したり、複数混合したり、バインダー等の添加物質を加えてもよい。

【0015】これらの色素はスピンドル法やキャスト法等の塗布法やスパッタ法や化学蒸着法、真空蒸着法等によって基板上に成膜される。本発明において、ピット部及びグループ部において特定の形状の色素膜を形成するためにはスピンドル法が最も適している。

【0016】スピンドル法においては色素を溶解あるいは分散させた塗布溶液を用いるが、この際溶媒は基板にダメージを与えないものを選ぶことが好ましい。例えば、n-ヘキサン、n-オクタン、イソオクタン等の脂肪族炭化水素系溶媒、シクロヘキサン、メチルシクロヘキサン、エチルシクロヘキサン、プロピルシクロヘキサン、ジメチルシクロヘキサン、ジエチルシクロヘキサン等の環状炭化水素系溶媒、ベンゼン、トルエン、キシレン、エチルベンゼン等の芳香族炭化水素系溶媒、クロロホルム、四塩化炭素、ジクロロメタン、2,2,3,3-テトラフロロ-1-プロパノール等のハロゲン化炭化水素系溶媒、メタノール、エタノール、1-プロパノール、2-プロパノール、ジアセトンアルコール等のアルコール系溶媒、ジオキサン、テトラヒドロフラン、ジエチルエーテル、ジブチルエーテル、ジイソプロピルエーテル等のエーテル系溶媒、メチルセロソルブ、エチルセロソルブ等のセロソルブ系溶媒、アセトン、メチルイソブチルケトン等のケトン系溶媒、酢酸エチル、酢酸メチル、酢酸ブチル等のエスチル系溶媒などが挙げられる。これらの有機溶剤は単独でも、あるいは2種類以上混合して用いてよい。

【0017】フタロシアニン系色素膜の形成においては、上記塗布溶媒の中では、n-オクタン、エチルシクロヘキサン、ジメチルシクロヘキサンなど、沸点が120~140°C程度の有機溶媒を単独で用いたり、あるいはこれらにジオキサンやキシレン、トルエン、プロピルシクロヘキサンなどを体積比率で0.1~10%程度混合した塗布溶剤がよく用いられる。

【0018】好ましい塗布条件としては、例えば、温度24°C±1°Cの環境下で最初に低速回転(100~1000rpm)で1~10秒間色素溶液を塗布した後、直ちに同環境下高速回転(2000~5000rpm)で10~60秒間乾燥すると均一な色素膜が形成できる。また、必要に応じて記録層は1層だけでなく複数の色素を多層形成することもある。記録層の膜厚としては、およそ10~200nm程度である。

【0019】次に記録層の上に光反射層を形成する。本発明においては、光反射層に銀を主成分とした金属膜を用い、かつその銀の平均結晶粒径が200~600Å、好ましくは300~500Åにすることが好ましい。この粒径は、透過型電子顕微鏡(TEM)等で測定することができる。

【0020】銀反射層の結晶粒径が200Åより小さい場合、反射率が低くなり、再生不能になることがある。また、結晶粒径が600Åより大きい場合、80°C 8.5 10%RHの耐湿熱性試験を行った場合、銀の凝集などによる欠陥が多数発生し、最悪の場合、再生不能になることがある。銀反射層の膜厚としては、700~1500Å、好ましくは800~1200Åの範囲内にあれば好適である。

【0021】反射層を形成する方法としては、例えば、スパッタリング法、化学蒸着法、真空蒸着法、イオンプレーティング法等による薄膜形成方法が挙げられる。中でもスパッタリング法は、最もよく用いられている手法である。銀反射層の結晶粒径は、銀の不純物の添加量や上記の成膜条件を適切に設定することにより制御することが可能である。

【0022】不純物としては、インジウム、ロジウム、パラジウム、白金、チタン、モリブデン、タンタル、ジルコニウム、バナジウム、タンクステン、銅、亜鉛、ニッケルから選ばれる金属を単独あるいは複数混合して添加してもよい。添加量としては、あまり大きくすると結晶粒径は小さくなるが、反射率は低下してしまうので、0.1~5atm%程度が好適である。なお、スパッタ電力を大きくするに従い、また、ガス圧を低くするに従い、結晶粒径は小さくなる傾向があるので適当なスパッタ電力やガス圧を実験的に容易に決定することができる。

【0023】また、反射率を高めるためや密着性をよくするために記録層と反射層の間に反射增幅層や接着層などの中間層を設けることもできる。中間層に用いられる材料としては再生光の波長で屈折率が大きいものが望ましい。例えば、無機材料としては、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>、AlN、ZnS、ZnSとSiO<sub>2</sub>の混合物、SiO<sub>2</sub>、TiO<sub>2</sub>、CeO<sub>2</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>、ZnSe、40 Sb<sub>2</sub>S<sub>3</sub>などがあり、これらの材料を単独あるいは複数混合して用いてよい。一方、有機材料としては、

シアニン系色素、フタロシアニン系色素、ナフタロシアニン系色素、ポルフィリン系色素、アゾ系色素、スクアリリウム系色素、ビリリウム系色素、チオピリリウム系色素、アズレニウム系色素、ナフトキノン系色素、アントラキノン系色素、インドフェノール系色素、トリフェニルメタン系色素、キサンテン系色素、インダンスレン系色素、インジゴ系色素、チオインジゴ系色素、メロシアニン系色素、チアジン系色素、アクリジン系色素、オキサジン系色素などの色素やポリスチレン、ポリ酢酸ビ

ニル、ポリカーボネート、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリアクリル酸エステル、ポリメタクリル酸エステル、スチレンーアクリロニトリル共重合体、ポリビニルアルコール、ポリビニルアセタール、ポリビニルブチラール、ポリビニルホルマール、ポリビニルピロリドン、ポリパラヒドロキシスチレンなどの高分子化合物が挙げられる。

【0024】さらに、反射層の上に保護層を形成させることもできる。保護層の材料としては反射層を外力から保護するものであれば特に限定しない。有機物質としては、熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂、UV硬化性樹脂等を挙げることができる。UV硬化性樹脂が好ましい。一方、無機物質としては、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{SiN}_4$ 、 $\text{MgF}_2$ 、 $\text{SnO}_2$ 等が挙げられる。なお、熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂などは適当な溶剤に溶解して塗布液を塗布し、乾燥することによって形成することができる。UV硬化性樹脂は、そのままもしくは適当な溶剤に溶解して塗布液を調製した後にこの塗布液を塗布し、UV光を照射して硬化させることによって形成することができる。UV硬化性樹脂としては、例えば、ウレタンアクリレート、エポキシアクリレート、ポリエステルアクリレートなどのアクリレート樹脂を用いることができる。これらの材料は単独あるいは混合して用いても良いし、1層だけでなく多層膜にして用いてもいっこうに差し支えない。

【0025】保護層の形成の方法としては、記録層と同様にスピンコート法やキャスト法などの塗布法やスパッタ法や化学蒸着法等の方法が用いられるが、このなかでもスピンコート法が好ましい。保護層の膜厚としては、1~15  $\mu\text{m}$ 程度である。

【0026】

【作用】本発明によれば、銀反射層の結晶粒径を200~600  $\text{\AA}$ の範囲内に制御することにより、耐久性の優れた、しかも記録・再生特性の良好な光記録媒体を提供することが実現される。

【0027】

【実施例】以下、本発明の実施例を示すが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【実施例1】下記式(1)【化1】に示されるフタロシアニン色素O. 25 gをエチルシクロヘキサンに3%のキシレンを添加した塗布溶媒10 mlに溶解し、色素溶液を調製した。基板は、ポリカーボネート樹脂で連続した案内溝を有する直径120 mmの、厚さ1.2 mmの円盤状のものを用いた。この基板上に色素溶液を回転数1500 rpmでスピンコートし、70°C 2時間乾燥して、記録層100 nmを形成した。

【0028】この記録層の上にパルザース社製スパッタ装置を用いてDCマグネットロンスパッタリング法により厚さ1000  $\text{\AA}$ の銀反射層を形成した。このときのスパッタ条件は、スパッタ電力5 kW、スパッタガス圧5 m

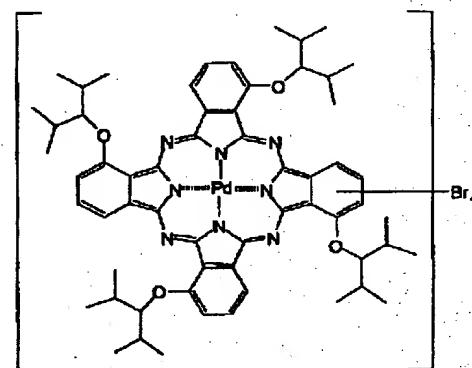
Torrに設定した。このときの銀反射層の結晶状態を透過型電子顕微鏡(TEM)を用いて観察したところ、結晶粒径が200~600  $\text{\AA}$ の範囲内に分布しており、平均結晶粒径は、510  $\text{\AA}$ であった。

【0029】さらに反射層の上に紫外線硬化樹脂SD-17(大日本インキ化学工業製)をスピンコートした後、紫外線照射して厚さ6  $\mu\text{m}$ の保護層を形成した。こうして作製したサンプルを市販のCDライター(フィリップス社製CDD521)を用いて、EFM信号を記録した。記録後、パルスティック工業製光ディスク評価装置DDU-1000及びKENWOOD製CDデコーダー(DR-3553)を用いて、エラー率を測定した。

【0030】このサンプルをプログラム恒温恒湿器(ETAC製HIFLEX-FX2200)を用いて、80°C 85%RH耐湿熱性試験を行い、500、1000、2000時間経過後のエラー率(BLER)を測定した。

【0031】

【化1】



【0032】【比較例1】実施例1において、スパッタ電力を0.5 kWに変えること以外は同様にして光記録媒体を作製した。このときの銀反射層をTEMにより観察したところ、結晶粒径が700~1000  $\text{\AA}$ の範囲内に分布し、平均結晶粒径は、920  $\text{\AA}$ であった。この媒体を実施例1と同様にして市販のCDライターを用いてEFM信号を記録し、エラー率を測定した。また、実施例1と同様にして80°C 85%RH耐湿熱性試験を行った。

【0033】【実施例2】実施例1において、3 atm 9%のインジウムを不純物として含有する銀を用いること以外は同様にして光記録媒体を作製した。このときの銀反射層をTEMにより観察したところ、結晶粒径が100~500  $\text{\AA}$ の範囲内に分布し、平均結晶粒径は、390  $\text{\AA}$ であった。この媒体を実施例1と同様にして市販のCDライターを用いてEFM信号を記録し、エラー率を測定した。また、実施例1と同様にして80°C 85%RH耐湿熱性試験を行った。

【0034】【比較例2】実施例1において、スパッタ電力を1 kW、銀反射層の膜厚を2000  $\text{\AA}$ にすること

以外は同様にして光記録媒体を作製した。このときの銀反射層をTEMにより観察したところ、結晶粒径が1200~1600Åの範囲内に分布し、平均結晶粒径は、1460Åであった。この媒体を実施例1と同様にして市販のCDライターを用いてEFM信号を記録し、エラ

率を測定した。また、実施例1と同様にして80°C 85%RH耐湿熱性試験を行った。これらの結果を表1にまとめた。

## 【0035】

【表1】

	平均結晶粒径	80°C 85%RH 耐湿熱性試験 BLER(c/s)			
		0hr	500hrs	1000hrs	2000hrs
実施例1	510Å	≤ 5	≤ 5	≤ 5	≤ 5
比較例1	920Å	≤ 5	480	1370	7450
実施例2	390Å	≤ 5	≤ 5	≤ 5	≤ 5
比較例2	1460Å	≤ 5	990	4530	7450

## 【0036】

【発明の効果】本発明によれば、銀反射層の平均結晶粒径を200~600Åの範囲内にすることにより、耐久性の優れた良好な記録再生特性を有する光記録媒体を提供することが可能となる。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】光記録媒体の層構成を示す断面図

## 20 【符号の説明】

- 1 基板
- 2 記録層
- 3 光反射層
- 4 保護層

【図1】

